



(52)

Deutsche Kl. 12 d. 1-03

(9)

(11)

(21)

(2)

(43)

Offenlegungsschrift 1 642 849

Aktenzeichen: P 16 42 849.2 (M 73108)

Anmeldetag: 9. März 1967

Offenlegungstag: 29. April 1971

Ausstellungspriorität: —

(30)

Unionspriorität

(32)

Datum: —

(33)

Land: —

(31)

Aktenzeichen: —

(54)

Bezeichnung: Vorrichtung zum Behandeln von Flüssigkeiten mit Adsorptionsmitteln oder Ionenaustauschern

(61)

Zusatz zu: —

(62)

Ausscheidung aus: —

(71)

Anmelder: Metallgesellschaft AG, 6000 Frankfurt

Vertreter: —

(72)

Als Erfinder benannt: Hitzel, Hans, 6000 Frankfurt

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 1. 12. 1969

DT 1 642 849

1642849

Vorrichtung zum Behandeln von Flüssigkeiten mit
Adsorptionsmitteln oder Ionenaustauschern.

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Behandeln von Flüssigkeiten mit Adsorptionsmitteln oder Ionenaustauschern, wobei die Adsorption bzw. Beladung und die Desorption bzw. Regeneration im Gegenstrom erfolgen und die Adsorptionsmittel oder Ionenaustauscher in einem Behälter angeordnet sind.

Adsorptionsmittel und Ionenaustauscher können aus zu behandelnden Flüssigkeiten adsorbierbare Stoffe bzw. austauschbare Ionen bis zu einem Sättigungszustand aufnehmen und können danach durch eine Regenerationsbehandlung mit geeigneten Lösungsmitteln oder Lösungen wieder in den Ausgangszustand, der eine erneute Beladung erlaubt, versetzt werden. Aus der Regenerationsflüssigkeit können die adsorbierten Stoffe bzw. die Salze der ausgetauschten Ionen zurückgewonnen werden.

Bei einer Gegenstrombehandlung wird die zur Regeneration bzw. Desorption benutzte Regenerationsflüssigkeit in einer zu der Strömungsrichtung der zu behandelnden Lösung entgegengesetzten Richtung durch eine Schicht des körnigen Adsorptionsmittels oder des Ionenaustauschers geleitet.

Im allgemeinen wird die zu behandelnde Flüssigkeit von oben nach unten durch das Adsorptionsmittel bzw. das Ionenaustauschermaterial geleitet. Die Regenerationsflüssigkeit wird dann von unten nach oben durch die Kornschicht geführt.

Die Beladung bzw. Adsorption des Ionenaustauschers bzw. Adsorptionsmittels und die Regeneration bzw. Desorption im Gegenstrom besitzt mehrere Vorzüge gegenüber dem Gleichstromverfahren, bei dem die Behandlungs- und die Regenerationsflüssigkeit in gleicher Richtung durch die Kornschicht geleitet wird. So wird bei der Behandlung von Flüssigkeiten mit Adsorptionsmitteln oder Ionenaustauschern nach dem Gegenstromprinzip in einer einzigen Verfahrensstufe eine wesentlich geringere Restkonzentration der zu entfernenden Komponenten und gleichzeitig eine hohe Ausnutzung der Kapazität des Adsorptionsmittels oder Ionenaustauschers erreicht. Außerdem ist bei dem Gegenstromverfahren die Desorption bzw. Regeneration des Adsorptionsmittels bzw. Ionenaustauschers mit einem erheblich geringeren, nahezu theoretischen Chemikalienaufwand möglich. Gegenüber dem Gleichstromverfahren ergibt sich somit der Vorzug der geringeren Stufenzahl und damit einer geringeren Anlagengröße sowie ein geringerer Aufwand an Elutions- bzw. Regeneriermitteln.

Die Vorteile des Gegenstromverfahrens können aber nur dann voll ausgenutzt werden, wenn bei der Durchströmung der aus Ionenaustauscher oder Adsorptionsmittel bestehenden Schicht mit Beladungsflüssigkeit bzw. Regenerierflüssigkeit keine Umschichtungen eintreten. Diese Forderung ist nicht leicht zu erfüllen, weil Adsorptionsmittel oder Ionenaustauscher zumeist Produkte sind, die bereits bei geringer Aufwärtsströmung in Flüssigkeiten zu schweben

109818/1621

beginnen, so daß dadurch eine Durchwirbelung und Umschichtung entstehen kann. Durch diesen Umstand ist die technische Realisierung des Gegenstromverfahrens sehr erschwert. Die bisher bekannt gewordenen Vorrichtungen sehen beispielsweise vor, bei der Behandlung des Adsorptionsmittels oder Ionenaustauschers im Aufwärtstrom das Material gegen eine obere Entnahmevorrichtung zu drücken und auf diese Weise das Bett festzulegen. Bei der anschließenden Behandlung von oben nach unten wird das Bett wieder abgesenkt. Eine Durchwirbelung des Bettes will man vor allem dadurch verhindern, daß entsprechende Einbauten, z. B. Lochplatten, vorgesehen werden. Diese Maßnahmen sind nur bei relativ kleinen Behälterdurchmessern durchführbar, jedoch ergeben sich auch hier noch gewisse Nachteile, wie z. B. die Möglichkeit der Gasabscheidung unterhalb des im Gegenstrom beaufschlagten Bettes, sowie die Notwendigkeit, daß das Adsorptionsmittel oder der Ionenaustauscher in einem Raum mit nur sehr geringem Totvolumen, das im allgemeinen nur nach den Quellungseigenschaften des Materials bemessen ist, festgelegt werden muß. Es besteht somit keine Möglichkeit, das Material erforderlichenfalls in diesem Raum durch Rückspülung von Verschmutzungen und Abrieben zu befreien, so daß separate Behälter für die Rückspülung des Materials vorgesehen werden müssen. Abgesehen davon, daß eine Umschichtung des Bettes bei Erzeugung des Gegenstromes und bei anschließender Änderung der Stromrichtung insbesondere bei größerem Kolonnendurchmesser, z. B. über 2 m und mehr und auch durch Einbauten kaum zu vermeiden ist, entsteht durch die separaten Rückspüleinrichtungen bei größeren Behältern ein erheblicher apparativer Aufwand.

Die Anordnung einer Schicht eines Adsorptionsmittels oder eines Ionenaustauschers zwischen zwei flüssigkeitsdurchlässigen Böden ist auch nur dann anwendbar, wenn die Schicht ihr Volumen in Abhängigkeit vom Beladungszustand ^{nicht} verändert.

Bei den meisten Adsorptionsmitteln und Ionenaustauschern tritt jedoch mit jeder Änderung des Beladungszustandes auch eine Änderung des Schüttvolumens ein. Bei manchen Ionenaustauschern kann diese Volumenänderung bis zu 20 % betragen.

In der deutschen Patentschrift 832 596 ist ein Behälter für körnige Filtermassen, Adsorptionsmittel und Ionenaustauscher in ruhender Schicht beschrieben, in welcher das Kornbett auf einer flüssigkeitsdurchlässigen Unterlage liegt und an der Oberfläche durch einen in Führungen am Gehäusemantel gleitenden, in der Höhe verschiebbaren Siebboden zusammengehalten wird. Auch dieser Siebboden hat den Mangel des hohen Strömungswiderstandes. Hinzu kommt, daß diese Siebböden recht genau im Gehäusemantel geführt sein müssen, um einen Durchschlupf von Filtermaterial an der Peripherie zu vermeiden. Deshalb bleiben diese Böden durch Verkantung leicht hängen und erfüllen die ihnen zuge dachte Aufgabe nicht. Im übrigen ist auch bei dieser Vorrichtung eine Rückspülung des Materials ausgeschlossen.

Ionenaustauscher haben im allgemeinen Kugelform und sind in Mischung mit Flüssigkeiten fließfähig. Gleiches gilt auch für körnige Adsorptionsmittel mit Korngrößen von 0,5 bis 2 mm. Diese Eigenschaft der Ionenaustauscher bzw. Adsorptionsmittel gestattet es, sie in Form eines kompaktes Bettes mit Hilfe von Flüssigkeiten zu bewegen.

In der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird diese Eigenschaft der Ionenaustauscher und Adsorptionsmittel benutzt, um sie nach dem Gegenstromverfahren beladen und regenerieren zu können.

Anhand der beispielsweisen und schematischen Figuren wird die Erfindung weiter erläutert.

Figur 1 zeigt eine erfindungsgemäße Vorrichtung im Vertikalschnitt. Die Figuren 2 bis 4 zeigen die Lage des Bettes in der Vorrichtung nach Figur 1 bei verschiedenen Betriebszuständen.

Figur 5 zeigt eine andere erfindungsgemäße Vorrichtung im Vertikalschnitt.

Gleiche Teile sind in den Figuren mit gleichen Ziffern bezeichnet. Die in Abbildung 1 dargestellte erfindungsgemäße Vorrichtung besteht aus dem Zylinder 1, der oben und unten durch die zweckmäßigerweise gewölbten Deckel 2 und 3 verschlossen ist. Im oberen Teil des aus dem Zylinder 1 und den Deckeln 2 und 3 gebildeten Behälters ist der horizontale Boden 4 angeordnet. Innerhalb des Behälters befindet sich ein konzentrisch angeordneter Zylinder 5, der am oberen Ende durch den Boden 4 abgeschlossen wird und unten kurz oberhalb des Deckels 2 frei endet. Hierdurch wird der Raum des Bodens 4 in einen äußeren Ringraum 6 und einen inneren zylindrischen Raum 7 aufgeteilt. Der den Ringraum 6 nach oben abschließende Teil des Bodens 4 ist flüssigkeitsdurchlässig, d. h. z. B. als Düsenboden oder Siebboden, ausgebildet. Die von unten in den Behälter führende Leitung 8 endet in dem Raum 7 kurz unterhalb des Bodens 4 in einer Flüssigkeitsverteilungs- und Sammelvorrichtung 9. Die Leitung 10 endet in einer Flüssigkeitsverteilungs- vorrichtung 11, die im Raum 7 nahe beim unteren Ende des Zylinders

5 angeordnet ist. Zwischen dem oberen Deckel 3 und dem Boden 4 befindet sich der Raum 12, aus dem die Leitung 13 nach außen führt. Die Räume 6 und 7 werden nun, wie in der Figur durch Schraffur angedeutet, soweit mit Austauscher- oder Adsorptionsmaterial gefüllt, daß bei maximaler Quellung des ~~xxxx~~ Austauscher- oder Adsorptionsmaterials noch ein geringes Totvolumen von einigen Prozenten des Gesamtvolumens der Räume 6 und 7 verbleibt. (Die Volumenvergrößerung durch Quellung kann bei Ionenaustauschern und Adsorptionsmitteln bis zu 30 % betragen.)

Die Vorrichtung kann nun wie folgt zur Behandlung von Flüssigkeiten benutzt werden:

Die zu behandelnde Flüssigkeit wird über die Leitung 8 zugeführt und tritt am oberen Ende des inneren Zylinders 5 durch die Verteilungsvorrichtung 9 in den inneren zylindrischen Raum 7 ein. Sie strömt mit relativ großer Geschwindigkeit in dem Zylinder 5 nach unten und schiebt dabei infolge des auftretenden Strömungswiderstandes das Ionenaustausch- oder Adsorptionsmaterial wie einen Kolben vor sich her, das dabei in den äußeren Ringraum 6 verdrängt wird, bis das Totvolumen im Ringraum 6 ausgefüllt ist, und das Material an den flüssigkeitsdurchlässigen Teil des Bodens 4 angestaut wird. (Dieser Zustand ist in Figur 2 dargestellt.) Das Bett ist dadurch in seiner Lage fixiert. Im inneren Zylinder 5 befindet sich nur noch ein geringer Bruchteil der gesamten Ionenaustauscher- oder Adsorptionsmittelmenge. Die am unteren Ende des Zylinders 5 umgelenkte Flüssigkeit strömt im Raum 6 nach oben und fließt über den flüssigkeitsdurchlässigen Teil des Bodens 4 in den Raum 12 und von da über die Leitung 13 ab. Auf diese Weise wird der größte Teil des Adsorptions- oder Austauschermaterials, ohne daß eine

109818/1621

Umschichtung zu befürchten ist, von unten nach oben von der zu behandelnden Flüssigkeit durchflossen. Vor der Umkehrung der Strömungsrichtung bei der nachfolgenden Desorption bzw. Regenerierung kann der noch im inneren Zylinder 5 befindliche geringe Anteil des Materials, der bei eventuellen Verschmutzungen der zu behandelnden Flüssigkeit hauptsächlich beansprucht wird, getrennt rückgespült werden. Die Rückspülflüssigkeit wird dabei über die Leitung 10 und die Verteilungseinrichtung 11 zugeführt und über die Flüssigkeitssammelvorrichtung 9 und die Leitung 8 abgeführt. Die Lage der Kornschicht während des Spülvorganges ist schematisch in Figur 3 dargestellt.

Bei der Desorption bzw. Regenerierung des Materials wird die Regenerationsflüssigkeit über die Leitung 13 zugeführt und strömt von oben nach unten über das im Ringraum 6 befindliche Material. Das Material wird dabei von oben nach unten bewegt und zum Teil wieder in den inneren Zylinder 5 gedrückt. In der Hauptmasse des Materials im äußeren Ringraum 6 tritt keine Vermischung oder Aufwirbelung ein. Die im Raum 6 nach unten strömende Flüssigkeit wird am unteren Ende des Zylinders 5 in den Raum 7 umgelenkt und strömt innerhalb des Zylinders 5 nach oben. Die Regenerationsflüssigkeit wird aus dem Raum 7 über die Flüssigkeitssammelvorrichtung 9 und die Leitung 8 entnommen. Die Lage des Bettmaterials während der Regeneration ist schematisch in Figur 4 dargestellt.

Die zu behandelnde Flüssigkeit kann auch durch die Leitung 13 zugeführt und durch die Leitung 8 entnommen werden (Bettzustand wie in Figur 4). Die Regeneration erfolgt dann in umgekehrter

Strömungsrichtung der Flüssigkeit. Die Regenerationsflüssigkeit wird dann durch Leitung 8 zugeleitet und durch Leitung 12 abgeführt. Für diesen Fall zeigt Figur 2 die Lage des Bettes.

Die Dimensionen der Vorrichtung sind so zu wählen, daß bei der Einführung der Flüssigkeit durch die Leitung 8 das Bett in die Lage ~~xxxxx~~ geschoben wird, die in Figur 2 dargestellt ist.

Damit dies geschieht, müssen die horizontalen Querschnitte des Raumes 7 und des Ringraumes 6 in einem bestimmten Verhältnis zueinander stehen. Das Querschnittsverhältnis zwischen dem zylindrischen Raum 7 und dem Ringraum ⁶ wird zweckmäßigerweise von 1 : 10 bis 1 : 2 gewählt.

Das untere Ende des inneren Zylinders wird zweckmäßigerweise nach außen konisch erweitert. Eine solche konische Erweiterung ist schematisch in den Figuren angedeutet und mit 14 beziffert.

Zwischen dem unteren Ende des inneren Zylinders 5, d. h. bei den in den Figuren gezeigten Vorrichtungen, zwischen den konischen Erweiterungen 14 und dem Boden 2 befindet sich ein ringförmiger Durchlaß 15 zwischen dem Raum 7 und 6. Die Ringfläche dieses Durchlasses wird so groß gewählt, daß sie etwa so groß ist wie die Querschnittsfläche des Raumes 7. Die Ringfläche des Durchlasses 15 kann aber auch bis zur Größe des Querschnittes des Ringraumes 6 dimensioniert werden.

In Figur 5 ist eine andere erfindungsgemäße Vorrichtung dargestellt, die es gestattet, im Behältervolumen mehr Ionenaustauscher- bzw. Adsorptionsmaterial unterzubringen.

Im Gegensatz zu der in Figur 1 bis 4 dargestellten Vorrichtung erstreckt sich der innere Zylinder 5 bei der in Figur 5 darge-

gestellten Vorrichtung bis in den oberen Teil 1, der der Raum 7 nach oben abschließt. Der flache, halbkugelförmige Boden 16 begrenzt den Ringraum 6 nach oben. Zwischen dem oberen Teil 5, inneren Zylinder 5 und sieb- oder Bienenbalm 10 wird der Ringraum 17 gebildet, in den die Leitung 15 mündet. Der Ringraum 17 entspricht dem Raum 12 bei der in den Figuren 1 bis 4 dargestellten Vorrichtung.

P a t e n t a n s p r ü c h e

- 1) Vorrichtung zum Behandeln von Flüssigkeiten mit Ionenaustauschern oder Adsorptionsmitteln, die in einem Gehäuse mit Zu- und Ableitungen von Flüssigkeiten untergebracht sind, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Behälter durch Einbauten zwei Räume von verschiedener Querschnittsfläche abgeteilt sind, die miteinander in Verbindung stehen, und von denen der Raum mit der größeren Querschnittsfläche nach oben durch einen flüssigkeitsdurchlässigen Boden abgeschlossen ist und daß in dem Raum mit der kleineren Querschnittsfläche am oberen Ende eine Flüssigkeitszuleitungs- und Flüssigkeitssammelvorrichtung angeordnet ist.
- 2) Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in dem zylindrischen Behälter (1) ein oben geschlossener, konzentrischer Zylinder (5) angeordnet ist, der kurz über dem Boden (2) des Behälters (1) endet.
- 3) Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser des inneren Zylinders (5) so gewählt ist, daß das Verhältnis des Querschnittes vom inneren Zylinder (5) umschlossenen Raum (7) zu dem Querschnitt des vom äußeren Zylinder (1) und dem inneren Zylinder (5) gebildeten Ringraumes (6) 1: 10 bis 1: 2 beträgt.
- 4) Vorrichtung nach einem oder beiden Ansprüchen 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Ringfläche des Durchlassers (15) zwischen dem unteren Ende des inneren Zylinders (5) und dem Boden (2) einen Querschnitt von der Größe des horizontalen Querschnittes des inneren Zylinders (5) bis zur Größe des horizontalen Querschnittes des äußeren Ringraumes (6) aufweist.

109818/1621

5) Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der untere Teil des inneren Zylinders (5) nach außen konisch erweitert ist.

6) Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß im Innern des inneren Zylinders (5) nahe seinem unteren Ende eine Flüssigkeitsableitung (11) angeordnet ist.

- 13 -

12d 1-03 AT: 9.3.67 CT: 20.4.71

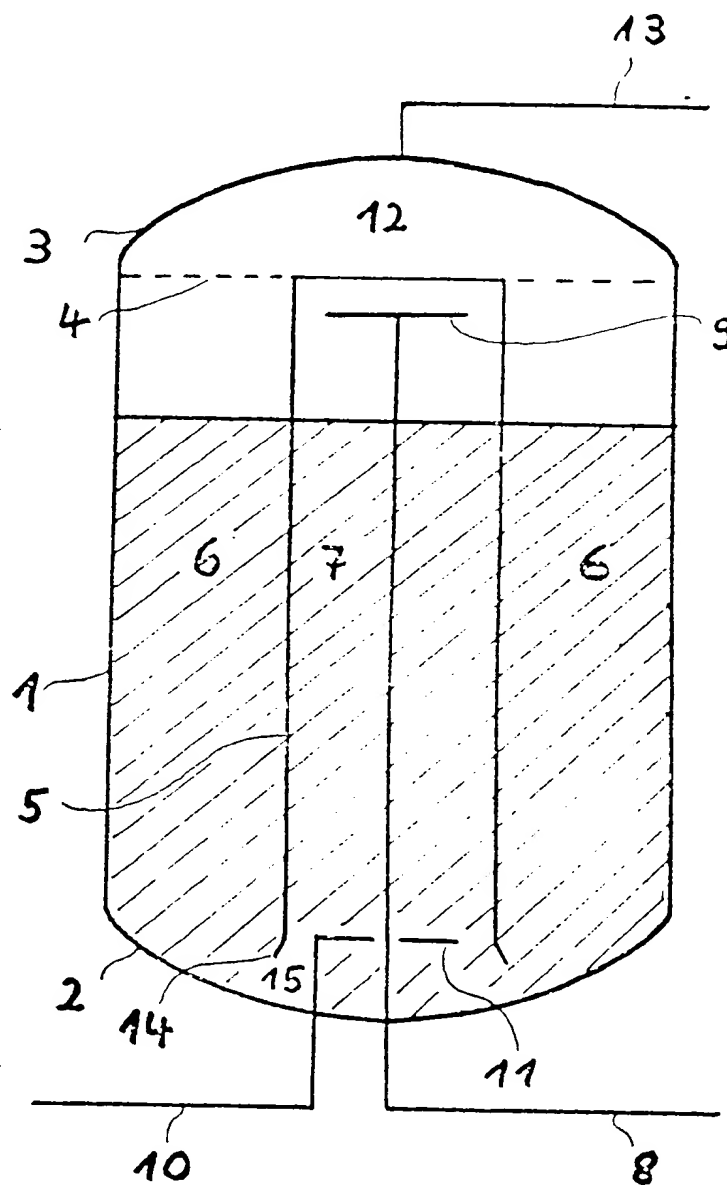


Fig. 1

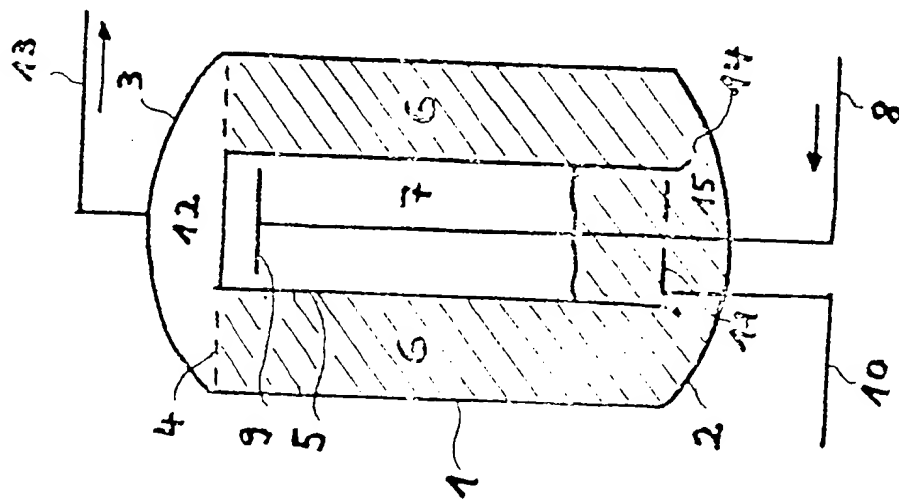


Fig. 2

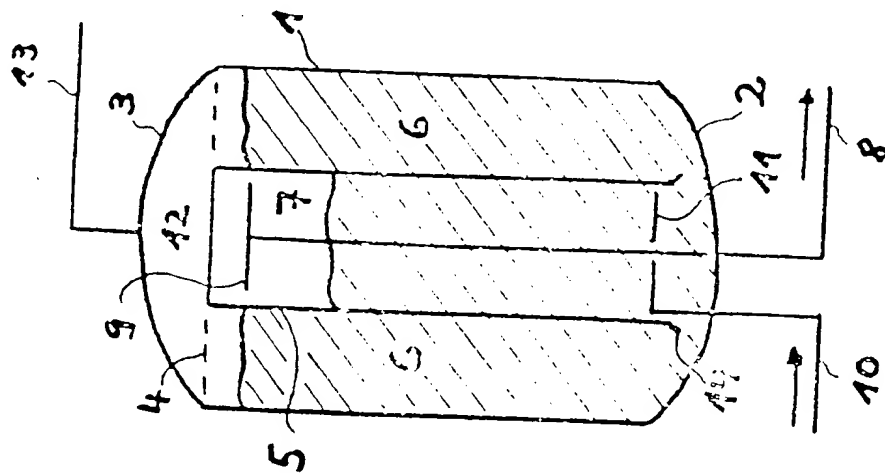


Fig. 3

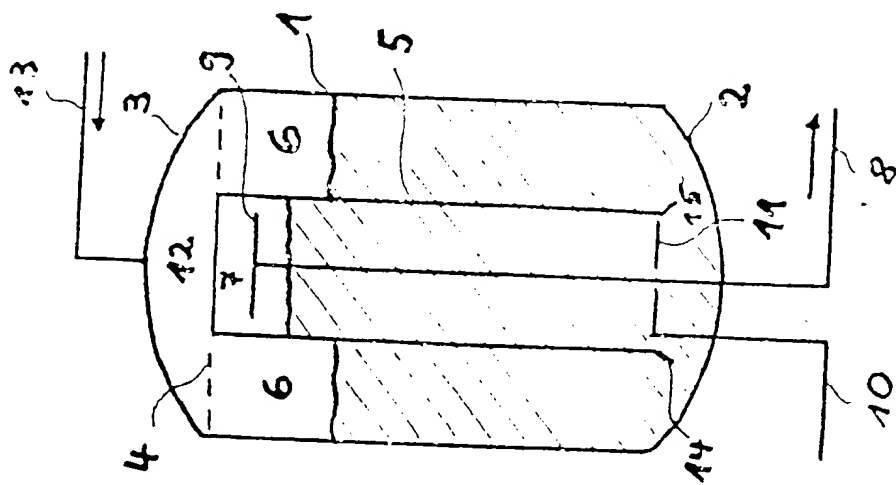


Fig. 4

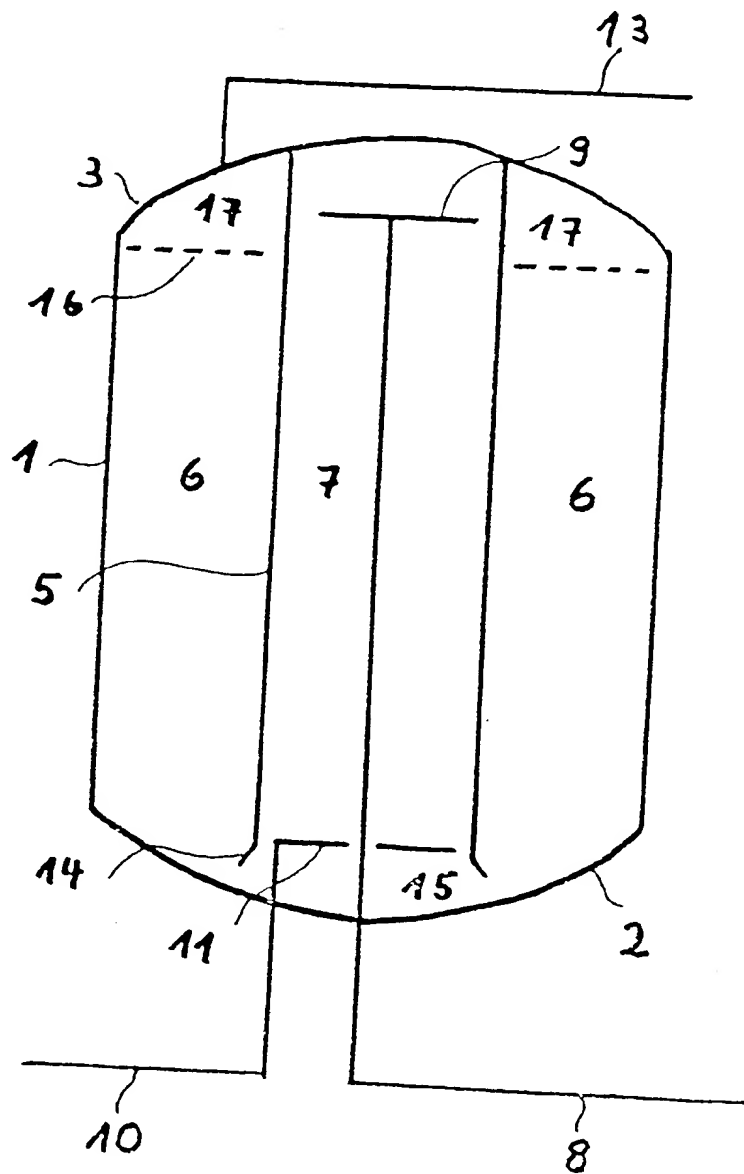


Fig. 5

109878/1627